



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **25 AOUT 2004**

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

THIS PAGE BLANK (USPTO)

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI

<p>DATE DE REMISE DES PIÈCES 31. JUL 1998</p> <p>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 98 09826 -</p> <p>DÉPARTEMENT DE DÉPÔT 7e</p> <p>DATE DE DÉPÔT 31 JUL. 1998</p>	<p>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>BUREAU D.A. CASALONGA - JOSSE 8, Avenue Percier 75008 PARIS</p>								
<p>2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire</p> <p><input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen</p> <p style="text-align: center;">demande initiale</p> <p><input type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> certificat d'utilité n°</p> <p>Établissement du rapport de recherche <input type="checkbox"/> différé <input checked="" type="checkbox"/> immédiat</p> <p>Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> non</p> <p>Titre de l'invention (200 caractères maximum)</p> <p>"Lentille ophtalmique en verre organique comportant une couche de primaire anti-chocs à base de latex de polyuréthane et son procédé de fabrication"</p>	<p>n° du pouvoir permanent références du correspondant téléphone</p> <p>B 98/2844 FR/AJC</p>								
<p>3 DEMANDEUR (S) n° SIREN : code APE-NAF :</p> <p>Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination</p> <p>ESSILOR INTERNATIONAL - COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE</p> <p>Forme juridique Société Anonyme</p> <p>Nationalité (s) Française</p> <p>Adresse (s) complète (s) Pays</p> <p>147, rue de Paris - 94227 CHARENTON CEDEX - FRANCE</p>									
<p>4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée</p> <p>5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission</p>									
<p>6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE</p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>pays d'origine</th> <th>numéro</th> <th>date de dépôt</th> <th>nature de la demande</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table>		pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande				
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande						
<p>7 DIVISIONS antérieures à la présente demande n° date n° date</p>									
<p>8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du signataire)</p> <p>A. CASALONGA (bm 92-10441) Conseil en Propriété Industrielle</p>	<p>SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION</p> <p>SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI</p>								

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DEPARTEMENT DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 Paris Cédex 08
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 09826

TITRE DE L'INVENTION :

"Lentille ophtalmique en verre organique comportant une couche de
primaire anti-chocs à base de latex de polyuréthane et son procédé
de fabrication"

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

Société Anonyme dite : ESSILOR INTERNATIONAL -
COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

1) Monsieur Jean-Pierre DEGAND
41, rue du Sentier
75002 PARIS

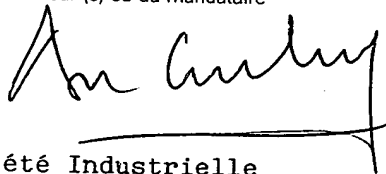
2) Madame Anne ROBERT
5, rue Paul Gauguin
94000 CRETEIL

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

A. CASALONGA
(bm 92-10441)

Conseil en Propriété Industrielle



Paris, le 8 Octobre 1998

BUREAU D.A. CASALONGA-JOSSE
8, Avenue Percier
75008 PARIS

Lentille ophtalmique en verre organique comportant une couche de primaire anti-chocs à base de latex de polyuréthane et son procédé de fabrication.

La présente invention concerne une lentille ophtalmique en verre organique comportant une couche de primaire anti-chocs à base de latex de polyuréthane et son procédé de fabrication.

5 Les lentilles ophtalmiques en verre organique sont plus sensibles à la rayure et à l'abrasion que les lentilles en verre minéral.

Il est connu de protéger en surface les lentilles en verre organique au moyen de revêtements durs (anti-abrasion) généralement à base de polysiloxane.

10 Il est également connu de traiter les lentilles en verre organique de façon à empêcher la formation de reflets parasites gênants pour le porteur de la lentille et ses interlocuteurs. La lentille est alors pourvue d'un revêtement anti-reflets mono- ou multicouche, généralement en matière minérale.

15 Lorsque la lentille comporte dans sa structure un revêtement dur anti-abrasion, le revêtement anti-reflets est déposé sur la surface de la couche anti-abrasion. Un tel empilement diminue la résistance aux chocs, en rigidifiant le système qui devient alors cassant. Ce problème est bien connu dans l'industrie des lentilles ophtalmiques en verre organique.

20 Pour remédier à cet inconvénient on a proposé de disposer une couche de primaire anti-chocs entre la lentille en verre organique et le revêtement dur anti-abrasion.

25 Ainsi, les brevets japonais 63-141001 et 63-87223 décrivent des lentilles en verre organique comportant un primaire anti-chocs à base de résine de polyuréthane thermoplastique. Le brevet US 5015523 quant à lui préconise l'emploi de primaires anti-chocs acryliques cependant que le

brevet européen EP-0 404 111 décrit l'utilisation de primaires anti-chocs à base de polyuréthane thermodurcissable.

5 Le document US 5,316,791 préconise l'utilisation d'une couche de primaire anti-chocs formée à partir d'une dispersion aqueuse de polyuréthane appliquée directement sur une surface du substrat en verre organique. Pour former la couche de primaire anti-chocs, la dispersion aqueuse est séchée et durcie à l'air, à température ambiante (21-27°C).

Les procédés et primaires de l'art antérieur ne donnent pas entière satisfaction.

10 En particulier, il est souhaitable :

- d'améliorer l'aspect cosmétique des verres, c'est-à-dire éliminer toute imperfection optique (coulures ou cratères visibles à l'oeil nu),
- fournir un procédé de mise en oeuvre plus facile et plus rapide,
- 15 - en particulier, le brevet US 5,316,791 mentionne des délais assez courts pour le durcissement du primaire à température ambiante (de l'ordre de 15 minutes), mais cependant, en pratique, il s'avère que les délais de durcissement du primaire sont exagérément longs (jusqu'à plusieurs jours).

20 La demanderesse vient de découvrir, d'une façon inattendue, que l'utilisation de compositions de latex contenant au moins un latex de polyuréthane et un agent de réticulation du polyuréthane, mais exempt de tout latex incluant des motifs butadiène, permettait d'obtenir des couches de primaire anti-chocs entre un substrat en verre organique et un revêtement dur anti-abrasion, éventuellement revêtu d'un revêtement
25 anti-reflets, ayant les propriétés voulues de résistance aux chocs, de cosmétique et dont par ailleurs l'indice peut être, le cas échéant, aisément adapté à l'indice de réfraction du verre organique, sans nuire aux propriétés de résistance à l'abrasion et anti-reflets des revêtements anti-abrasion et anti-reflets.

30 La présente invention a donc pour objet une lentille ophtalmique comprenant un substrat en verre organique, au moins un revêtement anti-abrasion et au moins une couche de primaire anti-chocs intercalée entre le verre organique et le revêtement anti-abrasion dont la couche de primaire anti-chocs est formée à partir d'une composition de latex comprenant au
35 moins un latex de polyuréthane et un agent de réticulation du

polyuréthane et exempt de tout latex incluant des motifs butadiène.

Un autre objet de l'invention concerne un procédé de fabrication de cette lentille.

5 Comme cela est bien connu, les latex sont des dispersions stables d'un polymère dans un milieu aqueux.

Les compositions de latex de la présente invention peuvent être constituées uniquement d'un ou plusieurs latex de polyuréthane ou peuvent être également constituées d'un ou plusieurs latex de polyuréthane mélangés avec un ou plusieurs autres latex ne comportant pas de motifs butadiène, en particulier des latex (méth)acryliques.

10 Les latex utilisés comportent de préférence de 30 à 70 % en poids d'extrait sec.

Les latex de polyuréthane sont bien connus et peuvent être obtenus commercialement.

15 Les latex de polyuréthane préférés sont des latex de polyuréthane contenant des motifs polyesters.

De tels latex de polyuréthane peuvent être obtenus auprès de la société ZENECA RESINS sous la dénomination Néorez ®.

Les latex (méth)acryliques (ACM) sont également bien connus.

20 Les latex poly(méth)acryliques sont des latex de copolymères constitués principalement par un (méth)acrylate, tel que par exemple le (méth)acrylate d'éthyle ou de butyle, ou de méthoxy ou éthoxyéthyle, avec une proportion généralement mineure d'au moins un autre comonomère, tel que par exemple du styrène.

25 Les latex de poly(méth)acrylique recommandés dans les compositions de latex selon l'invention, sont les latex de copolymères acrylate-styrène.

30 De tels latex de copolymères acrylate-styrène sont disponibles commercialement auprès de la société ZENECA RESINS sous la dénomination Néocryl®.

Lorsqu'il est présent, le latex (méth)acrylique ou le mélange de latex (méth)acryliques représente en général 10 à 90%, de préférence 10 à 60% et mieux 40 à 60% du poids total des latex présents dans la composition.

Un autre constituant essentiel des compositions de latex selon l'invention est l'agent de réticulation du polyuréthane. Les agents de réticulation des polyuréthanes sont bien connus et on peut citer parmi ceux-ci les aziridines polyfonctionnelles, les résines de mélamine méthoxyméthylée ou d'urée, par exemple les résines mélamine méthoxyméthylée/formaldéhyde et urée/formaldéhyde, les carbodiimides, les polyisocyanates et les polyisocyanates bloqués. Les agents de réticulation préférés sont les aziridines, en particulier les aziridines trifonctionnelles.

Un dérivé d'aziridine recommandé est commercialisé sous la dénomination CX 100 par la société ZENECA RESINS.

La quantité d'agent de réticulation dans les compositions de latex selon l'invention est généralement de 0,1 à 5% en poids par rapport au poids total de la solution de latex dans la composition, de préférence de l'ordre de 3%.

Dans le présent document, sauf indication contraire, les pourcentages en poids de latex, représentent les pourcentages des solutions de latex incorporées dans les compositions, y compris les poids d'eau et de solvants éventuels de ces solutions.

Les compositions de latex selon l'invention peuvent comporter tout ingrédient classiquement utilisé dans les couches primaires pour l'adhésion de revêtement anti-abrasion sur des lentilles ophtalmiques en verre organique. En particulier, elles peuvent comprendre un agent anti-oxydant, un absorbeur UV, un agent tensio-actif, dans les proportions classiquement utilisées.

Comme agents tensio-actifs, on peut utiliser le Baysilone OL 31, le FC 430 commercialisés par la société 3M, le Silwet LS 7657, L 7604 ou L 77 de la société OSI Specialities.

La quantité d'agent tensio-actif, utilisée est généralement de 0 à 1% en poids par rapport au poids total des latex présents dans la composition.

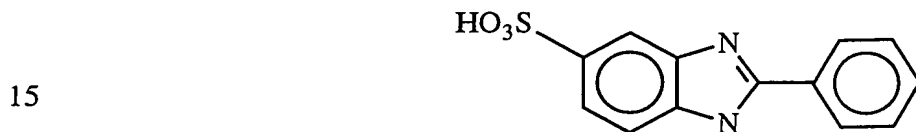
D'une manière générale, l'extrait sec de latex dans les compositions de l'invention varie de 5 à 40 % en poids, préférentiellement 7-35 % en poids, et mieux encore de l'ordre de 10 à 30 % en poids de la composition.

Les compositions de latex selon l'invention peuvent comprendre un absorbeur UV dans des proportions, variant de 0 à 10% en poids en matière active, de préférence de 0 à 5% en poids, et mieux encore de l'ordre de 2,5 % en poids.

5 L'absorbeur UV est de préférence choisi soluble ou facilement dispersable en solution aqueuse.

Comme absorbeur UV, on utilisera de préférence un absorbeur UV de type benzimidazole, et de préférence du type comportant une fonction sulfonate.

10 A titre d'exemple d'un tel absorbeur UV, on peut citer le PARSOL HS qui est le sel de sodium de l'acide sulfonique suivant



commercialisé par la société GIVAUDAN.

20 Les substrats des lentilles conformes à la présente invention sont tous substrats en verre organique couramment utilisés pour les lentilles ophtalmiques organiques.

Parmi les substrats convenant pour les lentilles selon l'invention, on peut citer des substrats obtenus par polymérisation, des (méth)acrylates d'alkyle, en particulier les (méth)acrylates d'alkyle en C₁-C₄ tels que le méthyl(méth)acrylate et l'éthyl(méth)acrylate, les dérivés allyliques tels que les allylcarbonates de polyol aliphatique ou aromatique, linéaires ou ramifiés, les thio(méth)acryliques, les thiouréthannes, les (méth)acrylates aromatiques polyéthoxylés tels que les bisphénols-A diméthacrylates polyéthoxylés.

30 Parmi les substrats recommandés, on peut citer des substrats obtenus par polymérisation des allyl carbonates de polyols parmi lesquels on peut mentionner l'éthylène glycol bis allyl carbonate, le diéthylène glycol bis 2-méthyl carbonate, le diéthylène glycol bis (allyl carbonate), l'éthylène glycol bis (2-chloro allyl carbonate), le triéthylène glycol bis

35

(allyl carbonate), le 1,3-propane diol bis (allyl carbonate), le propylène glycol bis (2-éthyl allyl carbonate), le 1,3-butane diol bis (allyl carbonate), le 1,4-butane diol bis (2-bromo allyl carbonate), le dipropylène glycol bis (allyl carbonate), le triméthylène glycol bis (2-éthyl allyl carbonate), le pentaméthylène glycol bis (allyl carbonate),
5 l'isopropylène bis phénol-A bis (allyl carbonate).

Les substrats particulièrement recommandés sont les substrats obtenus par polymérisation du bis allyl carbonate du diéthylène glycol, vendu sous la dénomination commerciale CR39® par la Société PPG
10 INDUSTRIE (lentille ORMA® ESSILOR).

Parmi les substrats également recommandés, on peut citer les substrats obtenus par polymérisation de monomères thio(méth) acryliques, tels que ceux décrits dans la demande de brevet français FR-A-
2 734 827.

15 Bien évidemment, les substrats peuvent être obtenus par polymérisation de mélanges des monomères ci-dessus.

Les revêtements durs anti-abrasion des lentilles ophtalmiques selon l'invention peuvent être tous revêtements anti-abrasion connus dans le domaine de l'optique ophtalmique.

20 Parmi les revêtements durs anti-abrasion recommandés dans la présente invention, on peut citer les revêtements obtenus à partir de compositions à base d'hydrolysat de silane, en particulier d'hydrolysat d'époxysilane, telles que celles décrites dans la demande de brevet français n° 93 02649.

25 Une composition pour revêtement dur anti-abrasion préférée, comprend par rapport au poids total de la composition environ 22% de glycidoxypropylméthyldiméthoxysilane, 62% de silice colloïdale à 30% de matière sèche et 0,70% d'acétylacétonate d'aluminium (catalyseur), le reste étant essentiellement constitué par les solvants classiquement
30 utilisés pour la formulation de telles compositions.

Comme indiqué précédemment, la lentille ophtalmique selon l'invention peut comporter en outre un revêtement anti-reflets déposé sur le revêtement anti-abrasion.

35 A titre d'exemple, le revêtement anti-reflets peut être constitué d'un film mono- ou multicouche, de matériaux diélectriques tels que SiO₂,

SiO_2 , Si_3N_4 , TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , MgF_2 ou Ta_2O_5 , ou leurs mélanges. Il devient ainsi possible d'empêcher l'apparition d'une réflexion à l'interface lentille-air.

5 Ce revêtement anti-reflets est appliqué généralement par dépôt sous vide selon l'une des techniques suivantes :

1/ Par évaporation, éventuellement assistée par faisceau ionique.

2/ Par pulvérisation par faisceau d'ions.

3/ Par pulvérisation cathodique.

10 4/ Par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma.

Outre le dépôt sous vide, on peut aussi envisager un dépôt d'une couche minérale par voie sol/gel, (par exemple à partir d'hydrolysats de tétraéthoxysilane).

15 Dans le cas où la pellicule comprend une seule couche, son épaisseur optique doit être égale à $\lambda/4$ où λ est une longueur d'onde comprise entre 450 et 650 nm.

Dans le cas d'un film multicouche comportant trois couches, on peut utiliser une combinaison correspondant à des épaisseurs optiques respectives $\lambda/4$ - $\lambda/2$ - $\lambda/4$ ou $\lambda/4$ - $\lambda/4$ - $\lambda/4$.

20 On peut en outre utiliser un film équivalent formé par plus de couches, à la place de l'une quelconque des couches faisant partie des trois couches précitées.

25 Les lentilles ophtalmiques selon l'invention peuvent être constituées d'un substrat en verre organique revêtu sur sa face arrière ou sa face avant d'une intercouche de primaire anti-chocs selon l'invention, d'un revêtement anti-abrasion déposé sur la couche de primaire et éventuellement d'un revêtement anti-reflets sur le revêtement anti-abrasion.

30 Egalement, le substrat peut être revêtu sur ses deux faces d'une couche de primaire anti-chocs selon l'invention, d'un revêtement anti-abrasion et éventuellement d'un revêtement anti-reflets.

35 Les lentilles ophtalmiques préférées selon l'invention comportent une seule couche de primaire anti-chocs déposée en face arrière de la lentille et, sur chacune des faces, un revêtement anti-abrasion et un revêtement anti-reflets appliqué sur le revêtement anti-abrasion.

Par exemple, on obtient une telle lentille en déposant une couche de la composition de latex par centrifugation sur la face arrière de la lentille. On soumet alors la couche à une cuisson à une température d'au moins 70°C pour former la couche de primaire anti-choc. La température de cuisson du primaire peut varier de 70°C à 140°C mais est de préférence de l'ordre de 90°C, la durée de cuisson variant de plusieurs heures à quelques minutes mais étant généralement de 1 heure environ. On applique ensuite par trempage ("dip coating") le revêtement dur anti-abrasion sur les deux faces de la lentille. Enfin après durcissement de ce revêtement dur, on applique un revêtement anti-reflets sur les deux faces de la lentille.

Une lentille ophtalmique ainsi obtenue présente une excellente résistance à l'abrasion sur sa face avant, la plus sollicitée lors des manipulations de ses lunettes par l'utilisateur et une excellente résistance aux chocs.

Selon la présente invention, l'épaisseur de la couche de primaire anti-chocs obtenue après cuisson, est de préférence comprise entre 0,2 et 2,5 μm et plus particulièrement entre 0,5 et 1,5 μm .

L'épaisseur du revêtement anti-abrasion est quant à lui généralement compris entre 1 et 10 μm et plus particulièrement entre 2 et 6 μm .

La présente invention a donc également pour objet un procédé de fabrication d'une lentille comprenant un substrat en verre organique, au moins un revêtement dur anti-abrasion, éventuellement recouvert d'un revêtement anti-reflets, et au moins une couche de primaire anti-chocs intercalée entre le substrat et le revêtement anti-abrasion, le procédé comprenant :

- le dépôt sur au moins une face du substrat, par exemple par centrifugation, d'une couche d'une composition de latex telle que définie ci-dessus;
- la cuisson de cette composition de latex à une température d'au moins 70°C pour former la ou les couches de primaire anti-chocs;
- le dépôt sur la ou les couches de primaire anti-chocs formées d'un revêtement dur anti-abrasion; et, facultativement,
- le dépôt sur le ou les revêtements durs anti-abrasion d'un

revêtement anti-reflets.

Les exemples suivants illustrent la présente invention.

Dans les exemples, sauf indication contraire, tous les pourcentages et parties sont exprimés en poids.

5

EXEMPLES COMPARATIFS A à C et EXEMPLES 1 à 7

On a déposé par centrifugation (1500 tours/minute pendant 10 à 15 secondes) sur la face arrière de lentilles en verre organique (ORMA® en CR 39® de la société ESSILOR) les compositions de latex selon l'invention indiquées dans le tableau I ci-dessous, et modifiées par dilution afin d'obtenir la viscosité souhaitée.

Les compositions de latex sont ensuite cuites à 90°C pendant 1 heure pour obtenir des couches de primaire anti-chocs ayant les épaisseurs indiquées au tableau I.

Après refroidissement, on déposait sur les faces de chacune des lentilles un revêtement anti-abrasion par trempage (procédé dit de "dip-coating" et on cuisait 1 heure à 90°C.

La composition anti-abrasion comprenait, par rapport au poids total de la composition, 22% de glycidoxypropylméthylméthoxysilane, 62% de silice colloïdale à 30 % dans le méthanol et 0,70% d'acétylacétate d'aluminium (catalyseur), le complément étant essentiellement constitué d'eau et de solvants classiques.

Les épaisseurs de couches anti-abrasion sont également données dans le tableau I.

Les lentilles revêtues de la couche primaire anti-chocs et du revêtement anti-abrasion étaient ensuite soumises à un traitement anti-reflets par évaporation sous vide (déposé sur les deux faces de chaque lentille).

Le revêtement anti-reflets sur le revêtement anti-abrasion était obtenu par dépôt sous vide :

- d'une première couche à base d'oxyde de zirconium et de titane,
- d'une deuxième couche à base de SiO₂,

l'épaisseur optique pour ces deux couches prises globalement étant voisine de $\lambda/4$

35

- d'une troisième couche à base de TiO_2 , d'épaisseur optique $\lambda/2$
- d'une quatrième couche à base de SiO_2 d'épaisseur optique $\lambda/4$.

5 La résistance à l'abrasion a été évaluée par détermination de la valeur BAYER sur les substrats revêtus de la couche de primaire anti-chocs et du revêtement anti-abrasion. La détermination de cette valeur BAYER a été établie conformément à la norme ASTM F 735.81.

10 La résistance aux chocs des lentilles ophtalmiques obtenues a été déterminée sur les substrats revêtus de la couche de primaire, de la couche de revêtement anti-abrasion et du revêtement anti-reflets conformément au test de la chute de bille. Dans ce test, on fait tomber des billes avec une énergie croissante au centre du verre revêtu jusqu'à l'étoilement ou la cassure de celui-ci. L'énergie minimale imposée lors de ce test est de 15,2 g/mètre (correspondant à la première hauteur de chute). Cette énergie est de 200 mJoules et correspond à la valeur minimum imposée par la FDA américaine. On calcule ensuite l'énergie moyenne de rupture du substrat revêtu.

15 Le verre présente une bonne qualité cosmétique (X) si il passe avec succès les 3 contrôles suivants :

20 1) Visualisation du verre à l'oeil nu en transmission, à l'aide d'une lampe néon classique.

Le verre ne doit présenter aucun défaut, en particulier absence de cratères, points brillants ou rayures.

2) Visualisation du verre à l'oeil nu en réflexion.

25 Le verre ne doit présenter aucun défaut, en particulier absence de coulées dues aux sirops formés lors de la polymérisation.

3) Visualisation du verre à l'oeil au moyen d'une lampe à arc en transmission.

Le verre ne doit présenter aucun défaut.

30 Le test permet de voir la présence de coulures éventuelles sur la couche de latex et celle du vernis anti-abrasion.

Les résultats sont donnés dans le tableau I.

TABLEAU I

Composition du latex											
Exemple		Latex	PU	Latex (méth)acrylique		Agent de réticulation		Epaisseur Energie		Epaisseur	
N°	Type	% en poids	Type	% en poids	Type	% en poids	% en poids	primaire de rupture	anti-abrasion		
								μm	μm	cosmétique	
A	R961	100	-	-	-	-	-	1,0	1600 \pm 500	2,2 ou 1,0 + 0,1	3,5
B	-	-	A623	100	CX 100	3	2,2	800 \pm 200	1,6 \pm 0,1	4,4	X
C	-	-	A639	100	CX 100	3	0,8	800 \pm 200	1,3 \pm 0,1	2,7	X
1	R962	100	-	-	CX 100	3	1	1200 \pm 350	0,8 \pm 0,1	2,5	X
2	W234	100	-	-	CX 100	3	1,3	1900 \pm 600	0,8 \pm 0,1	2,2	X
3	W234	50	A639	50	CX 100	3	0,9	1100 \pm 250	2,0 \pm 0,1	3	X
4	W790	50	A639	50	CX 100	3	0,9	1200 \pm 200	1,0 \pm 0,1	2,7	X
5	R961	66,6	A623	33,3	CX 100	3	0,8	900 \pm 220	1,5 \pm 0,1	1,95	X
6	R972	40	A639	60	CX 100	3	1	1100 \pm 400	2,0 \pm 0,1	1,9	X
7	R974	40	A639	60	CX 100	3	1	1100 \pm 400	1,8 \pm 0,1	1,9	X

X = bonne cosmétique

Nature et caractéristique des latex utilisés
(Données Fournisseurs).

5	Nature du primaire	Type de dispersion aqueuse	% en poids extrait sec	% en poids N. méthylpyrrolidone (solvant)	Viscosité (mPa.s) 25°C
	Néorez R961 (1)	PU(PES) aliphatique	34	17	300
10	Néorez R962 (1)	PU(PES) aliphatique	34	17	225
	Néorez R972 (1)	PU(PES) aliphatique	34	9	100
	Néorez R974 (1)	PU(PES) aliphatique	40	4	300
15	Néocryl A623 (1)	acrylique/ styrène	35	10.6 (butyl glycol)	100
	Néocryl A639 (1)	acrylique/ styrène	45	-	200
	W 231 (2)	PU(PES) aliphatique	30	12.2	100
20	W 234 (2)	PU(PES) aliphatique	30	9.6	100
	W 755 (2)	PU(PES) aliphatique	60	-	100
	W 781 (2)	PU(PES) aliphatique	40	-	150
25	W 790 (2)	PU(PES) aliphatique	40	9.8	100

Fournisseurs : ZENECA (1) ; BAXENDEN (2).

30 PU(PES) aliphatique = polyuréthane à motif polyester aliphatique.

35 Les dispersions aqueuses (latex) sont diluées avec de l'eau pour obtenir la viscosité souhaitée. Pour un dépôt centrifuge à 1500 tours/minute pendant 10 à 15 secondes, la viscosité est réglée par dilution dans l'eau, généralement de l'ordre de 50%, pour obtenir une

couche de primaire d'environ 1 μm d'épaisseur.

Dans le cas d'un dépôt au trempé, la composition comprendra en général 30% de latex et 70% d'eau.

La vitesse de démouillage est généralement de 12 cm/minute.

5 Les exemples ci-dessus montrent qu'en utilisant les compositions de latex selon l'invention on obtient des couches de primaires anti-chocs améliorant la résistance aux chocs des lentilles sans nuire à la cosmétique de la lentille.

10 EXEMPLES 8 à 12

On a réalisé des lentilles, comme décrit aux exemples précédents, mais en faisant varier, dans les latex utilisés la proportion de latex de polyuréthane et de latex (méth)acrylique. Les compositions des latex et les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II. Toutes les
15 compositions de latex contenaient 3% en poids d'agent de réticulation CX 100, et les couches de primaire avaient toutes une épaisseur de 3,5 μm .

TABLEAU II

Exemple N°	Composition du latex % en poids		Epaisseur des lentilles au centre mm	Energie de rupture mJ	Bayer	Cosmétique
	R 961	A 631				
8	90	10	2,04	1170 \pm 230	1,7	x
9	80	20	2,04	930 \pm 220	1,9	x
25 10	70	30	1,88	780 \pm 240	1,8	x
11	60	40	1,9	820 \pm 160	2,0	x
12	50	50	2,01	800 \pm 200	2,0	x
13	40	60	2,04	880 \pm 170	1,9	x

30 x = bonne cosmétique

Toutes les couches de primaire selon l'invention satisfont à l'essai de résistance à l'alcool isopropylique. Dans cet essai, on applique
35

entre l'index et la surface du verre organique revêtu de la couche de primaire un essuie-verre industriel CEMOI® imbibé d'alcool isopropylique. Sur une distance totale proche de 2,5 cm on effectue trois allers et retours de l'index en exerçant une pression de 200 g environ. La
5 résistance de la couche de primaire est évaluée visuellement en transmission à la lampe à arc ou par mesure d'épaisseur de la couche. Le fait que les couches de primaire selon l'invention satisfont cet essai permet de stocker les lentilles revêtues de la couche de primaire avant dépôt du revêtement dur anti-abrasion.

10 Les exemples ci-dessus montrent qu'on obtient des couches de primaire anti-chocs conduisant à un compromis des propriétés de résistance aux chocs et à l'abrasion particulièrement bon, en utilisant des mélanges de latex de polyuréthane et de latex acrylique selon l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Lentille ophtalmique comprenant un substrat en verre organique, au moins un revêtement anti-abrasion et au moins une couche de primaire anti-chocs intercalée entre le verre organique et le revêtement anti-abrasion, caractérisée en ce que la couche de primaire anti-chocs est formée à partir d'une composition de latex comprenant au moins un latex de polyuréthane et un agent de réticulation du polyuréthane et exempte de tout latex comportant des motifs butadiène.

2. Lentille ophtalmique selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition de latex comprend en outre au moins un latex (méth)acrylique.

3. Lentille ophtalmique selon la revendication 2, caractérisée en ce que le latex (méth)acrylique représente 10 à 90%, de préférence 10 à 60% et mieux 40 à 60% du poids total des latex présents dans la composition.

4. Lentille ophtalmique selon la revendication 3, caractérisée en ce que le latex (méth)acrylique est un latex de copolymère acrylate-styrène.

5. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisée en ce que l'agent de réticulation est présent à raison de 0,1 à 5% en poids par rapport au poids de latex.

6. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'agent de réticulation est choisi parmi les aziridines polyfonctionnelles, les résines de mélamine méthoxyméthylée, les résines d'urée, les carbodiimides, les polyisocyanates et les polyisocyanates bloqués.

7. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend une seule couche de primaire en face avant ou en face arrière du substrat, préférentiellement en face arrière du substrat.

8. Lentille ophtalmique selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle comprend un revêtement anti-abrasion appliqué sur les deux faces de la lentille.

9. Lentille ophtalmique selon la revendication 8, caractérisée en

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Un désalignement, même léger, des axes des éléments filetés mâle et femelle 1, 2 en cours d'engagement conduirait, en l'absence de toute couche lubrifiante, à un labourage des surfaces des flancs d'engagement et à un grippage très rapide de ces flancs en contact : il peut alors être impossible de dévisser des joints filetés ainsi grippés et il faut de toutes façons reconditionner les surfaces détériorées de filets.

La présence d'épaississant et d'huile dans la substance lubrifiante de la couche 22 et la viscosité de la substance lubrifiante permettent d'assurer en présence de contraintes de cisaillement un régime de lubrification auto-alimenté typique d'une huile ou d'une graisse. Ceci se traduit par l'absence de fissuration de la substance lubrifiante au cisaillement pour des températures extérieures de mise en œuvre comprises entre -50 et +50°C ; on peut encore dire que la substance lubrifiante s'auto-guérit ou s'auto-cicatrise au fur et à mesure qu'elle est cisailée.

La couche de phosphatation 32 sur la surface des filets femelles 12 permet de retenir efficacement la substance lubrifiante sur la surface de ces filets.

Dans des conditions d'extrême pression où l'auto-alimentation en substance lubrifiante viendrait localement à être rompue, l'additif extrême pression chimique prend le relais pour empêcher le grippage.

La figure 8 montre les filets mâles et femelles 11, 12 en position finale vissée.

La substance lubrifiante de la couche mince 22 s'est répartie au cours du vissage dans les jeux entre les surfaces hélicoïdales des filets. Elle s'interpose entre flancs porteurs 13, 14 et entre flancs d'engagement 15, 16 et elle comble plus ou moins les jeux entre sommets et fonds de filets 17, 18, 19, 20 selon les appariements dus aux tolérances dimensionnelles.

Il n'y a pas de ce fait d'éjection d'excès de substance lubrifiante dans l'intérieur du puits et les éléments filetés ne peuvent être déformés par les pressions exercées par un fort excès de substance lubrifiante.

Le dévissage des filets assemblés conduit à une séparation en deux de la couche 22, séparation qui se produit de manière aléatoire au sein de cette couche.

Les restes de couches sur les filets mâles et femelles permettent néanmoins
5 d'effectuer au moins 10 cycles de vissage-dévissage sans apparition de grippage.

Les inventeurs ont par contre constaté qu'un simple apport d'une graisse classique de type API 5A2 diminué par rapport aux quantités prescrites de manière standard de manière à simplement combler les jeux entre filets conduit rapidement au
10 grippage après quelques cycles de vissage/dévissage si l'apport n'est pas renouvelé entre cycles.

La figure 9 représente en coupe longitudinale quelques filets mâles trapézoïdaux 51 du filetage conique mâle 203 de la figure 2.

15

Les filets mâles 51 comprennent quatre faces rectilignes à savoir :

- un flanc porteur 53 ;
- un flanc d'engagement 55 ;
- un sommet de filet 57 ;
- 20 - un fond de filet 59.

Les sommets et fonds de filets sont parallèles au cône primitif du filetage 103.

En variante non représentée, ils pourraient être parallèles à l'axe de l'assemblage, la
25 hauteur radiale du flanc d'engagement étant alors plus grande que celle du flanc porteur.

Le flanc porteur 53 fait un angle A faiblement négatif avec la normale à l'axe de l'élément fileté, par exemple -3° , de sorte qu'il est en léger surplomb.

30

Le flanc d'engagement 55 fait un angle positif B avec la normale à l'axe de l'assemblage de sorte que les filets 51 soient plus étroits à leur base qu'à leur sommet 57, ce qui facilite l'usinage.

Les 4 faces 53, 55, 57, 59 des filets 51 sont recouvertes à l'état brut d'usinage d'un dépôt 21 de quelques micromètres d'épaisseur de la même substance lubrifiante que celle objet du dépôt 22 de la figure 5. On peut appliquer les mêmes compositions et les mêmes poids de couche que dans le cas des exemples relatifs à la figure 5.

La figure 10 représente en coupe longitudinale quelques filets femelles trapézoïdaux 52 du filetage conique femelle 204 de la figure 2.

- 10 Les filets femelles 52 comprennent 4 faces rectilignes de forme et disposition correspondant à celles de filets mâles 51, à savoir :
- un flanc porteur 54 d'angle A faiblement négatif ;
 - un flanc d'engagement 56 d'angle positif B ;
 - un sommet de filet 60 ;
 - 15 - un fond de filet 58.

Les faces 54, 56, 58, 60 sont traitées par phosphatation au manganèse de manière à réaliser une couche de phosphatation 32 d'épaisseur 0,006 mm comme dans le cas de la figure 5.

20

La surface ainsi traitée des filets femelles 52 est recouverte d'une couche mince 22 de la même substance lubrifiante que celle décrite à la figure 5.

Cette substance lubrifiante est absorbée ou adsorbée sur la surface traitée des filets 52 et surmonte cette surface sur quelques micromètres d'épaisseur de manière uniforme. On peut appliquer les mêmes compositions et les mêmes poids de couche que dans le cas des exemples relatifs à la figure 5.

Comme dans le cas de la figure 5, la phosphatation au manganèse peut être remplacée par un autre traitement de surface plus adapté au métal de l'élément fileté pour réaliser des surfaces propres à absorber ou adsorber la substance lubrifiante.

La figure 11 représente les filets femelles 52 au cours de la phase d'engagement lors de leur assemblage par vissage aux filets mâles 51.

Au niveau des flancs d'engagement 55, 56 (voir figure 12), les couches 21, 22 ne font plus qu'une, 23, alors qu'elles sont distinctes entre les autres faces qui ne sont pas en contact lors de la phase d'engagement.

- 5 La couche 23 supporte le poids du tube 201 à assembler, le couple de vissage et éventuellement des efforts parasites si l'axe de l'élément mâle fait un angle avec l'axe de l'élément femelle.

- 10 En fin de vissage (figure 13), la substance lubrifiante remplit substantiellement tous les jeux entre les filets 51, 52 et empêche le contact direct entre flancs porteurs 53, 54 sous traction et entre sommet de filet femelle 60 et fond de filet mâle 59 qui interfèrent radialement.

- 15 La figure 14 montre une variante de la figure 9 dans laquelle la couche 21 de substance lubrifiante n'est pas réalisée directement sur la surface brute d'usinage des filets mâles mais sur une couche de phosphatation 31 déposée au préalable et semblable en nature et en épaisseur à celle 32 en surface des filets femelles 52 de la figure 10.

- 20 Une telle configuration permet de mieux retenir la substance lubrifiante sur la surface des filets mâles et d'obtenir avec les filets femelles correspondants de la figure 10 un assemblage illustré par la figure 14, particulièrement apte à subir de nombreux cycles de vissage-dévissage sans risque de grippage.

- 25 Un tel joint fileté selon figure 15 nécessite par contre de réaliser une phosphatation à la fois sur manchon 202 et sur tubes 101, 101' et est donc plus coûteux que le joint de la figure 13.

- 30 La figure 16 représente la zone d'extrémité libre du tube 201 et par conséquent de l'élément fileté mâle de la figure 2.

Selon la figure 16, la couche 21 de la substance lubrifiante recouvre non seulement la surface des filets mâles 51 de la figure 9 mais également toute la surface périphérique extérieure de l'élément mâle au-delà du filetage, et plus spécialement

en 27 la surface de portée d'étanchéité mâle 207 ainsi qu'en 29 la surface de butée mâle 209 d'extrémité de tube. Le poids de couche déposé sur les surfaces 207, 209 est sensiblement voisin de celui déposé à la surface des filets mâles.

- 5 La figure 17 représente la zone de logement femelle pour l'extrémité mâle du manchon 202 de la figure 2.

Selon la figure 17, la surface intérieure de l'élément femelle entre filetage 204 et talon 206, est traitée comme la surface des filets femelles 52 de la figure 10 par
10 phosphatation au manganèse (couche 32) et est recouverte comme la surface de ces filets 52 par la couche 22 de la substance lubrifiante.

Les couches 32 et 22 recouvrent plus spécialement en 38 et 28 la surface de portée femelle 208 et en 40 et 30 la butée femelle 210.

15

Ces couches peuvent, sans inconvénient, s'étendre sur la surface périphérique intérieure du talon 206 et sur la surface périphérique extérieure du manchon 202.

L'épaisseur de la couche de phosphatation est sensiblement identique au niveau de
20 la portée d'étanchéité 208, de la butée femelle 210 et des filets femelles 52.

De même, le poids de couche de substance lubrifiante est sensiblement identique au niveau de la portée d'étanchéité 208, de la butée femelle 210 et des filets femelles 52.

25

La figure 18 représente l'assemblage en position vissée de l'extrémité libre mâle de la figure 16 avec la zone correspondante femelle de la figure 17.

Au cours du vissage, les couches de substances lubrifiantes 27, 28 entrent en
30 contact l'une de l'autre.

En poursuivant le vissage, ces couches retenues par la couche de phosphatation 38 empêchent le contact direct des surfaces métalliques des portées d'étanchéité et leur grippage surtout lorsque les surfaces 207, 208 sont peu inclinées et lorsque le

contact de ces surfaces jusqu'en position finale d'assemblage se produit sur une grande longueur.

Le mécanisme d'action de la substance lubrifiante est le même que celui au niveau
5 des surfaces de filets.

Tout à fait en fin de vissage, les couches 29, 30 au niveau des surfaces de butée 209, 210 entrent en contact et empêchent le grippage de ces surfaces toujours par le même mécanisme.

10

La couche de phosphatation 40 a de même pour rôle de retenir au maximum le film de substance lubrifiante. Bien que non représenté, on peut aussi imaginer que la couche lubrifiante en 27 et 29 (portée et butée mâles) soit déposée non pas directement sur une surface métallique brute d'usinage mais sur des surfaces
15 traitées par phosphatation comme dans le cas de la figure 17.

On peut aussi sans difficulté aucune appliquer l'enseignement exposé dans les figures 4 à 18 à des filetages cylindriques à un ou plusieurs étages tel que ceux 303, 303', 304, 304' du joint fileté intégral de la figure 3 ainsi qu'aux surfaces de butée et
20 de portée d'étanchéité existant sur ce point.

D'autres modes de réalisation non décrits sont également couverts par la présente invention, notamment le cas où la couche de phosphatation est réalisée à la surface des filets de l'élément fileté mâle et non pas de l'élément fileté femelle (configuration
25 opposée à celles des figures 1-18).

L'invention peut notamment s'appliquer à tout élément fileté, mâle ou femelle, quelle que soit la disposition du filetage ou des parties filetées, à toute forme de filet, à toute largeur de filet, constante ou variable sur la longueur du filetage, à des filets
30 interférents ou non interférents, avec ou non contact ou frottement sur les deux flancs d'un même filet, que le joint fileté obtenu soit du type manchonné ou intégral. Elle peut aussi s'appliquer quels que soient le nombre, la forme et la disposition des surfaces de portée et de butée.

Nous allons maintenant décrire de manière non limitative différents exemples de procédé de dépôt de substance lubrifiante en couche mince à la surface de filets, de portées d'étanchéité et/ou de butées pour obtenir les joints résistant au grippage précédemment décrits.

5

On prépare un mélange liquide dont la viscosité est mesurée par coupe FORD n°4 dont on donne ci-après plusieurs exemples non limitatifs de formulation. Les numéros de ces exemples de formulation de mélange liquide correspondent respectivement aux mêmes numéros des exemples précédents de composition de substance lubrifiante, la substance lubrifiante correspondant à l'« extrait sec » du mélange liquide du même numéro d'exemple.

10

EXEMPLE 1

	- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
15	- Huile minérale :	47 %
	- Cire paraffinique pétrolière :	15 %
	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates surbasés :	10 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
20	Viscosité selon coupe FORD n°4 :	20 s

EXEMPLE 2

	- Solvant spécial hydrocarboné :	23 %
	- Huile minérale :	37 %
25	- Cire de petrolatum oxydé :	22 %
	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates surbasés :	10 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	Viscosité selon coupe FORD n°4 :	20 s

30

EXEMPLE 3

	- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
	- Huile minérale :	37 %
	- Cire de petrolatum :	25 %
35	- Produit soufré :	5 %

- Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	21 s

5 EXEMPLE 4

- Solvant spécial hydrocarboné :	22 %
- Huile minérale :	37 %
- Résine pétrolière tackifiante :	23 %
- Produit soufré :	5 %
10 - Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	18 s

EXEMPLE 5

15 - Solvant spécial hydrocarboné :	22 %
- Huile minérale :	37 %
- Cire sulfonée :	23 %
- Produit soufré :	5 %
- Sulfonates surbasés :	10 %
20 - Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	16 s

EXEMPLE 6

- Solvant spécial hydrocarboné :	22 %
25 - Huile minérale :	37 %
- Bitume :	23 %
- Produit soufré :	5 %
- Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
30 Viscosité selon coupe FORD n°4 :	17 s

EXEMPLE 7

- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
- Huile minérale :	39 %
35 - Stéarate d'aluminium :	23 %

- Produit soufré :	5 %
- Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	18 s

5

EXEMPLE 8

- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
- Huile minérale :	54 %
- Bentone lipophile :	8 %
- Produit soufré :	5 %
- Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	17 s

10

15

EXEMPLE 9

- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
- Huile minérale :	52 %
- Polyalméthacrylate à 50 % :	10 %
- Produit soufré :	5 %
- Sulfonates surbasés :	10 %
- Dithiophosphate métallique :	3 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	22 s

20

EXEMPLE 10

- Solvant spécial hydrocarboné :	42 %
- Cire de petrolatum oxydé :	23 %
- Polyisobutène :	1 %
- Paraffine chlorée :	34 %
Viscosité selon coupe FORD n°4 :	20 s

30

Ces mélanges liquides peuvent commodément être préparés à l'avance et être stockés dans des récipients fermés en attendant d'être utilisés. Il conviendra simplement, si besoin est, d'homogénéiser le mélange avant emploi.

Le mélange doit être appliqué en couche mince d'épaisseur sensiblement uniforme sur des éléments filetés mâles et femelles selon figure 2 et plus particulièrement pour chacun des éléments filetés sur leur filetage 203, 204, sur leur portée d'étanchéité 207, 208 et sur leur butée 209, 210.

5

Les éléments filetés mâles 1 qui se trouvent en extrémité des tubes 201 sont amenés bruts d'usinage sous une douche du type de celles utilisées pour phosphater les éléments filetés mâles.

- 10 La douche est alimentée sous faible pression (1 à 3 bars relatifs) par le mélange liquide et asperge de mélange liquide la surface extérieure des éléments filetés.

Compte tenu de la faible viscosité du mélange liquide, celui-ci se répartit en film d'épaisseur uniforme sur toute la périphérie du filetage 203, de la partie d'étanchéité 15 207 et de la butée 209.

L'épaisseur du film de mélange liquide est fonction de la viscosité du mélange qui est elle-même fonction de la teneur en huile et en solvant volatil : une teneur élevée en huile et en solvant volatil abaisse la viscosité du mélange et par conséquent 20 l'épaisseur du film liquide.

On laisse ensuite complètement évaporer le solvant de manière à obtenir une couche d'épaisseur sensiblement uniforme de substance lubrifiante.

- 25 Les éléments filetés femelles 2 à revêtir sont situés à l'intérieur de manchons 202.

Les manchons 202 ont préalablement subi de manière connue un traitement de phosphatation au manganèse qui a recouvert le filetage 204, la portée 208 et la butée 210 de chacun des deux éléments filetés femelles d'une fine couche de 30 conversion de phosphate d'environ 0,006 mm d'épaisseur.

Les manchons 202 sont ensuite amenés individuellement dans des enceintes de peinture qui comportent des buses de pulvérisation alimentées en mélange liquide et dirigées de manière à projeter de fines gouttelettes de mélange liquide vers le 35 filetage, la portée et la butée de chaque élément fileté femelle.

L'épaisseur du film de mélange liquide résultant est fonction de la viscosité du mélange liquide, de la pression de pulvérisation, du diamètre des buses de pulvérisation et de la durée de la pulvérisation.

- 5 Les manchons sont ensuite retirés de l'enceinte de peinture et séchés par circulation d'air chaud jusqu'à évaporation complète du solvant.

Chaque manchon 202 est ensuite vissé en usine de manière standard par un de ses deux éléments filetés femelles sur un élément fileté mâle de l'une des deux
10 extrémités du tube 101.

On protège ensuite de manière connue le second élément fileté femelle non vissé du manchon 202 et le second élément fileté mâle non vissé à l'autre extrémité du tube 201 par des protecteurs de manière à éviter toute pollution de ces éléments
15 filetés par des particules abrasives lors du transport ou du stockage, susceptible de détériorer les performances d'étanchéité lors de la mise en œuvre dans le puits de pétrole.

La substance lubrifiante appliquée possédant des vertus hydrophobes et
20 anticorrosion permet de protéger les éléments filetés de la corrosion pendant le stockage et le transport.

Si toutefois la substance lubrifiante venait à être polluée, il est facile d'éliminer la couche de celle-ci comme s'il s'agissait d'une graisse par nettoyage haute pression
25 à l'eau ou par solvant pétrolier, d'appliquer un nouveau film de mélange liquide, par exemple au pinceau et de laisser évaporer le solvant.

L'addition de colorant à la substance lubrifiante peut faciliter le contrôle de ces opérations d'élimination de la couche de substance lubrifiante polluée et de
30 reconstitution de celle-ci.

Alternativement, on peut appliquer de la graisse standard type API sur l'élément fileté dévêtu ou non dévêtu ou encore partiellement dévêtu de substance lubrifiante. La substance lubrifiante est en effet totalement compatible avec la graisse type API.

De telles procédures de réparation ne sont pas possibles avec des vernis de glissement.

Nous allons maintenant présenter à la figure 19 deux courbes de vissage obtenues
5 sur joints filetés VAM TOP® selon catalogue VAM® n° 940 édité par la
demanderesse, de dimensions 5½" x 17 lb/ft (diamètre extérieur des tubes
139,7 mm et épaisseur des tubes 7,72 mm), en acier faiblement allié traité
thermiquement pour un grade L80 (limite d'élasticité supérieure ou égale à
551 MPa).

10

La figure 19 représente en ordonnées le couple de vissage T en fonction du nombre
de tours N pour deux essais A et B, les courbes A et B ayant été décalées suivant
l'axe des X pour faciliter leur lecture.

15 La courbe A est relative à un joint selon l'invention : l'élément fileté mâle est
semblable à celui de la figure 9 (filets trapézoïdaux bruts d'usinage revêtus de la
substance lubrifiante de l'exemple n° 2 de composition) et l'élément fileté femelle est
semblable à celui de la figure 10 (filets trapézoïdaux phosphatés au manganèse et
revêtus de la même substance lubrifiante de l'exemple n° 2 de composition).

20

La courbe B est relative à un joint de référence lubrifié de manière standard avec de
la graisse API 5A2.

25 Sur les deux courbes A et B, une fois l'engagement réalisé entre élément fileté
femelle et mâle, le couple de vissage monte régulièrement du fait du glissement
sous pression de contact des faces correspondantes des filets. Le couple de
vissage augmente significativement parce que l'interférence radiale entre les filets
mâles et femelles résultant des caractéristiques dimensionnelles des joints filetés
testés est élevée.

30

On note à un moment donné une augmentation de la pente de la courbe de vissage
qui traduit l'apparition d'une interférence radiale entre portées d'étanchéité 207-208.
Les courbes A et B de la figure 19 sont caractéristiques de joints filetés présentant
une interférence entre portées d'étanchéité élevée.

A partir du point S, le couple du vissage augmente quasi verticalement et traduit l'accostage des butées 209/210.

Le point F désigne le couple final de vissage qui est situé entre le couple de vissage minimal (T_{\min}) et le couple de vissage maximal (T_{\max}) spécifiés pour ce type de joint fileté.

La courbe A obtenue sur un joint fileté selon la présente invention est très semblable à celle B obtenue sur un joint fileté lubrifié par de la graisse API tant au point de son allure que du couple à l'accostage T_s et du couple final T_F . Ceci démontre que le coefficient de frottement de la substance lubrifiante selon la présente invention est similaire à celui de la graisse API standard.

Pour les deux courbes A et B, le couple T_s à l'accostage est égal à environ 70 % du couple de vissage optimal spécifié pour ce type de joint fileté du fait de l'appariement particulier des éléments filetés testés (interférences élevées tant entre filetages qu'entre portées d'étanchéité).

Les courbes A et B de la figure 20 montrent pour des joints filetés VAM TOP® similaires à ceux de la figure précédente et traités de la même manière la variation du couple d'accostage en fonction du nombre de cycles de vissage-dévissage réalisé (jusqu'à 10 cycles), le couple d'accostage étant exprimé en valeur relative du couple de vissage optimal, ce dernier étant la valeur moyenne entre couple de vissage minimal et couple de vissage maximal spécifiés.

On constate sur la figure 20 que le couple d'accostage varie peu au cours de ces 10 cycles de vissage-dévissage et que la stabilité du couple d'accostage est meilleure sur un joint fileté selon l'invention (courbe A) que celle d'un joint enduit de graisse API (courbe B) même en renouvelant l'enduction entre cycles de vissage-dévissage : le couple d'accostage T_s varie de 69 % du couple de vissage optimal au 1^{er} vissage à 58 % au 10^{ème} vissage dans le cas de la courbe A contre 70 % au 1^{er} vissage et 36 % au 6^{ème} vissage dans le cas de la courbe B. Ceci démontre qu'il reste toujours suffisamment de substance lubrifiante sur un joint fileté selon

l'invention pour obtenir des caractéristiques lubrifiantes stables tant au niveau des filets que des portées d'étanchéité après 10 cycles de vissage-dévissage.

Les courbes C et D de la figure 20 montrent pour respectivement les mêmes joints
5 filetés que ceux des courbes A et B de la même figure 20 la variation du couple initial de dévissage en fonction du nombre de dévissages pour 10 cycles consécutifs de vissage-dévissage, cette variation étant exprimée en valeur relative du couple final de vissage.

10 Le premier enseignement de la courbe C de la figure 20 (joint fileté selon l'invention) est que, du fait de l'absence de grippage, il est toujours possible de dévisser le joint.

Le couple initial de dévissage varie pour la courbe C entre 97 % et 106 % du couple final de vissage, ce qui démontre encore des performances stables.

15

Dans le cas de la courbe D de la figure 20 (graisse API), le couple initial de dévissage varie entre 84 % et 101 % du couple final de vissage, soit une variation un peu plus importante que dans le cas de la courbe C.

20 L'aspect visuel final des filets et portées d'étanchéité après ces 10 cycles de vissage-dévissage est excellent, sans aucune trace de grippage.

Le tableau suivant compare les nombres de cycles de vissage-dévissage obtenus avant apparition de grippage pour un maximum de 10 cycles réalisés sur le même
25 type de joints filetés VAM TOP® 5"½ 17 lb/ft grade L80 que pour les essais des figures 19 et 20 mais les éléments filetés ont été choisis pour montrer une interférence entre filetages faible et une interférence entre portées élevée.

	nombre de cycles avant grippage
Joint fileté avec graisse API 5A2 (référence)	≥ 10
Joint fileté avec vernis sec au MoS ₂	6
Joint fileté selon la présente invention avec substance lubrifiante selon exemple n° 2	≥ 10

Les résultats confirment que l'application de vernis sec au MoS_2 selon l'état de la technique conduit rapidement à un grippage inacceptable alors que celle de la substance lubrifiante définie précédemment donne des résultats satisfaisants, comparables, du point de vue résistance au grippage, aux résultats sur joints
5 revêtus de graisse API.

REVENDECATIONS

- 1) Elément fileté mâle ou femelle (2) pour joint fileté tubulaire résistant au grippage, comprenant un filetage respectivement mâle ou femelle (104, 204), une substance lubrifiante étant déposée en couche mince (22) au moins sur la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets (12, 52) du filetage, cette surface étant
5 traitée pour adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante, caractérisé en ce que la substance lubrifiante est un mélange homogène :
- a) d'un épaississant,
 - b) d'au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au
10 moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
 - c) d'une huile,
- les proportions des constituants de la substance lubrifiante étant choisies pour que ladite substance lubrifiante possède un caractère filmogène et une consistance
15 pâteuse apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté avec une viscosité comprise entre celle d'un vernis très visqueux et celle d'une substance cireuse ne coulant pas.
- 2) Elément fileté selon la revendication 1, caractérisé en ce que la substance
20 lubrifiante possède une viscosité comprise entre 40 et 400 cSt à la température de +40°C.
- 3) Elément fileté selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le ou les additifs EP chimiques et l'épaississant sont solubles dans l'huile.
25
- 4) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que l'épaississant possède des molécules chimiques à caractère polaire marqué.
- 5) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce
30 que l'épaississant est stable chimiquement jusqu'à une température supérieure ou égale à 120°C et de préférence supérieure ou égale à 160°C.
- 6) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que l'épaississant est un épaississant organique.

7) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que l'épaississant est un épaississant minéral.

8) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que le ou les additifs EP chimiques sont choisis parmi le groupe constitué par les additifs EP chimiques à base de soufre ou contenant du soufre, ceux à base de phosphore, ceux à base de soufre et de phosphore, ceux à base de chlore et ceux à base d'esters ou d'acides gras modifiés ou non ou à base d'esters complexes.

9) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que l'épaississant organique est une cire de petrolatum oxydé, en ce que les additifs EP chimiques sont plusieurs comprenant un produit soufré, un sulfonate surbasé et un dithiophosphate métallique et en ce que l'huile est une huile minérale.

10) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que le ou les additifs EP comprennent au moins un additif EP à action physique sous forme de particules solides submicroniques.

11) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce qu'au moins un du ou des additifs EP possède des propriétés anti-corrosion.

12) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé en ce que la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 % et 60 % en poids, en ce que la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 % et 50 % en poids et en ce que la teneur en huile dans la substance lubrifiante est comprise entre 30 % et 75 % en poids.

13) Elément fileté selon la revendication 12 caractérisé en ce que la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 8 % et 40 % en poids, en ce que la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est comprise entre 15 % et 32 % en poids et en ce que la teneur en huile dans la substance lubrifiante est comprise entre 40 % et 60 % en poids.

14) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé en ce que, le ou les additifs EP chimiques comprenant une paraffine chlorée, la teneur

en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 25 % et 60 % en poids, en ce que la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est comprise entre 40 % et 75 % en poids et en ce que la teneur en huile dans la substance lubrifiante est comprise entre 0,5 % et 15 % en poids.

5

15) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 caractérisé en ce que le poids de couche de substance lubrifiante déposé est compris entre 0,1 g/m² et 40 g/m².

10 16) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage, traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante est la surface d'une couche (32) choisie parmi le groupe constitué par les couches de phosphatation, les couches d'oxalation et les couches métalliques.

15

17) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage est traitée pour conférer à ladite surface une rugosité contrôlée de manière à adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

20

18) Elément fileté selon la revendication 16 ou 17 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage est traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante sur une profondeur comprise entre 0,003 mm et 0,080 mm.

25

19) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 caractérisé en ce que, l'élément fileté comprenant au moins une portée d'étanchéité (208), la substance lubrifiante est aussi déposée en couche mince (28) sur chaque surface de portée d'étanchéité.

30

20) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 19 caractérisé en ce que, l'élément fileté comprenant au moins une butée de vissage (210), la substance lubrifiante est aussi déposée en couche mince (30) sur chaque surface de butée.

35

21) Elément fileté selon la revendication 19 ou 20 caractérisé en ce que toutes les surfaces sur lesquelles la substance lubrifiante est déposée en couche mince sont des surfaces traitées pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

- 5 22) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 21 caractérisé en ce que la substance lubrifiante comprend moins de 5 % en poids de colorant inactif vis-à-vis des propriétés de résistance au grippage.

23) Joint fileté tubulaire résistant au grippage et comprenant un élément fileté mâle
10 et un élément fileté femelle, chacun de ces éléments filetés comprenant un filetage du type correspondant, ces filetages étant vissés l'un dans l'autre dans une position d'assemblage, caractérisé en ce qu'au moins un des deux éléments filetés est avant assemblage un élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 21.

15

24) Joint fileté tubulaire selon la revendication 23, caractérisé en ce qu'un seul des deux éléments filetés est avant assemblage un élément fileté (2) selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, l'autre élément fileté (1) étant muni avant assemblage au moins sur la surface des filets (51) de son filetage (203) d'une
20 substance lubrifiante directement déposée en couche mince (21), la substance lubrifiante étant un mélange homogène :

- a) d'un épaississant,
b) d'au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au
25 moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
c) d'une huile,

les proportions des constituants de la substance lubrifiante étant choisies pour que ladite substance lubrifiante possède un caractère filmogène et une consistance
30 pâteuse apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté avec une viscosité comprise entre celle d'un vernis très visqueux et celle d'une substance cireuse ne coulant pas.

25) Joint fileté tubulaire selon la revendication 24, caractérisé en ce que l'autre
35 élément fileté est muni d'une substance lubrifiante dont la viscosité est comprise entre 40 et 400 cSt à la température de +40°C.

- 26) Procédé d'obtention d'une couche mince d'une substance lubrifiante sur un élément fileté mâle ou femelle pour joint fileté tubulaire résistant au grippage, l'élément fileté comprenant un filetage respectivement mâle ou femelle, la substance lubrifiante possédant une consistance pâteuse collante, un caractère filmogène et apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté, procédé dans lequel :
- 5 a) on prépare un mélange liquide homogène entre :
- un solvant volatil,
 - un épaississant,
- 10 - au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au moins un additif extrême pression à action chimique apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
- une huile,
- 15 b) on applique au moins sur la surface des filets du filetage une couche mince d'épaisseur sensiblement uniforme dudit mélange liquide, ladite surface des filets du filetage pouvant optionnellement être préalablement traitée pour adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante, et
- c) on laisse ou on fait évaporer le solvant volatil.

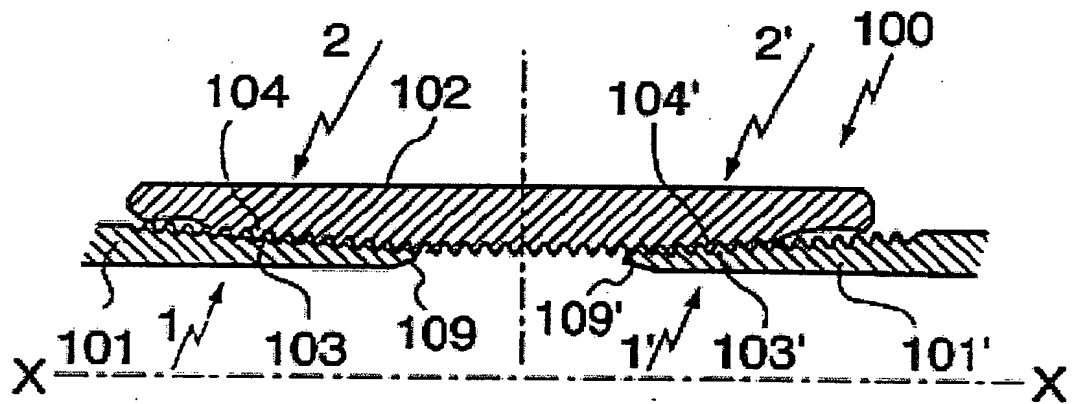


Fig 1

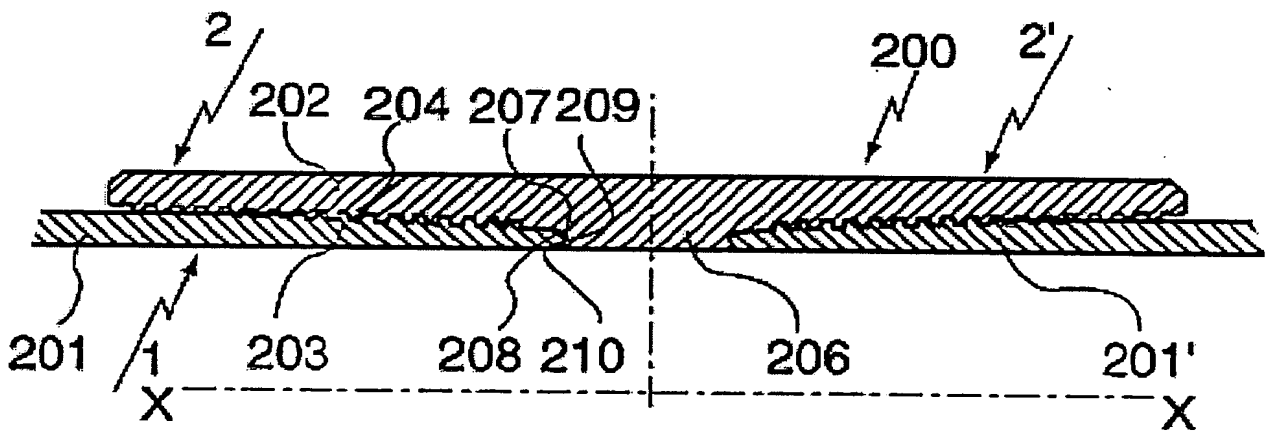


Fig 2

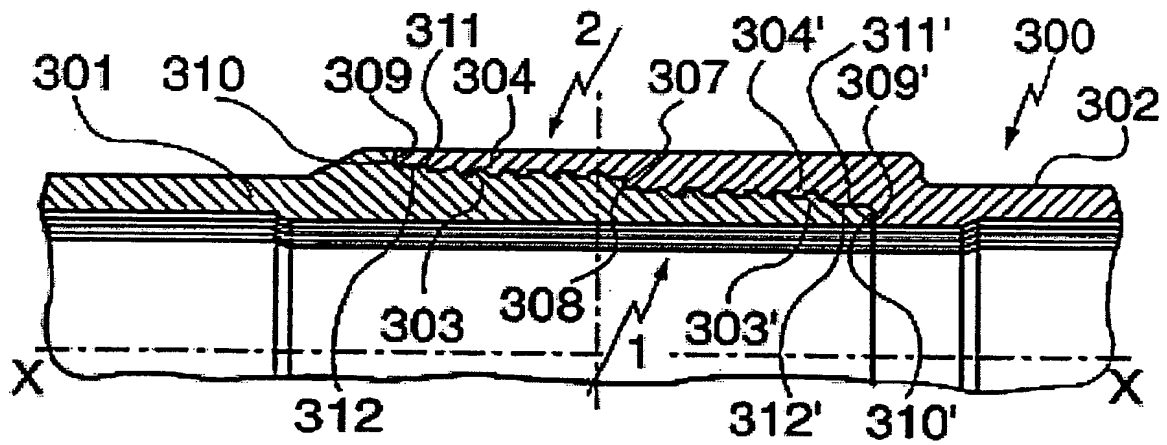


Fig 3

2/7

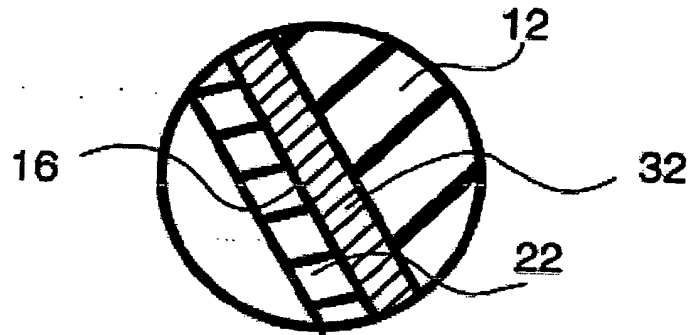


Fig. 6

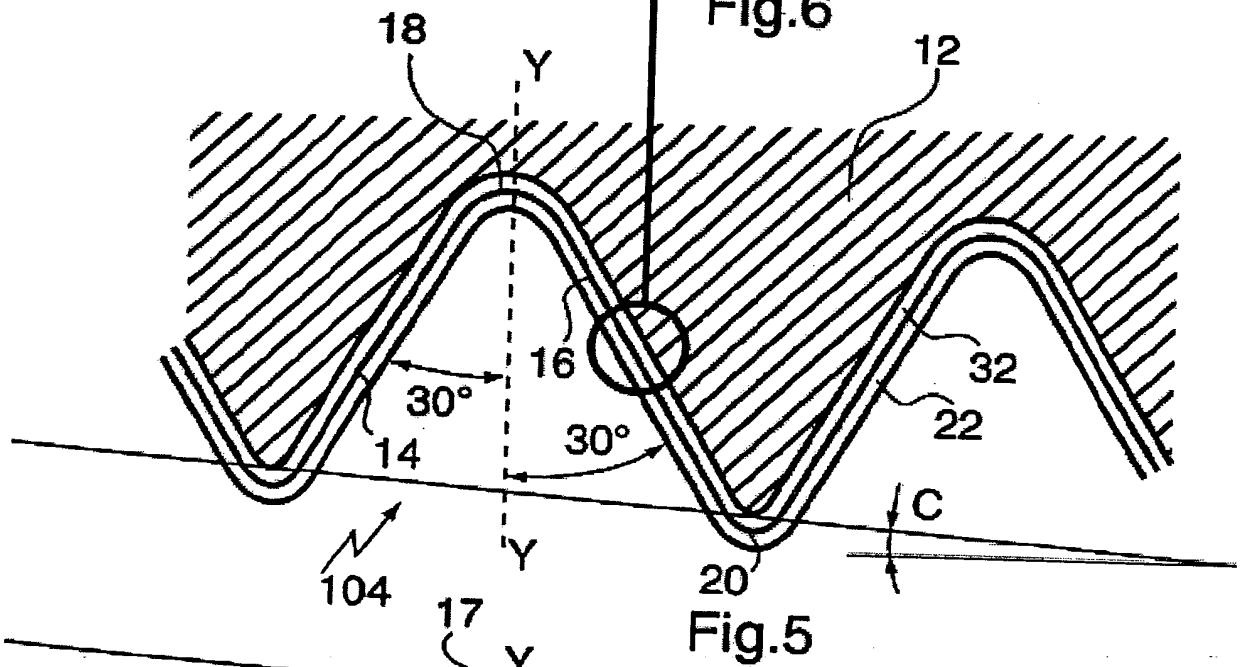


Fig. 5

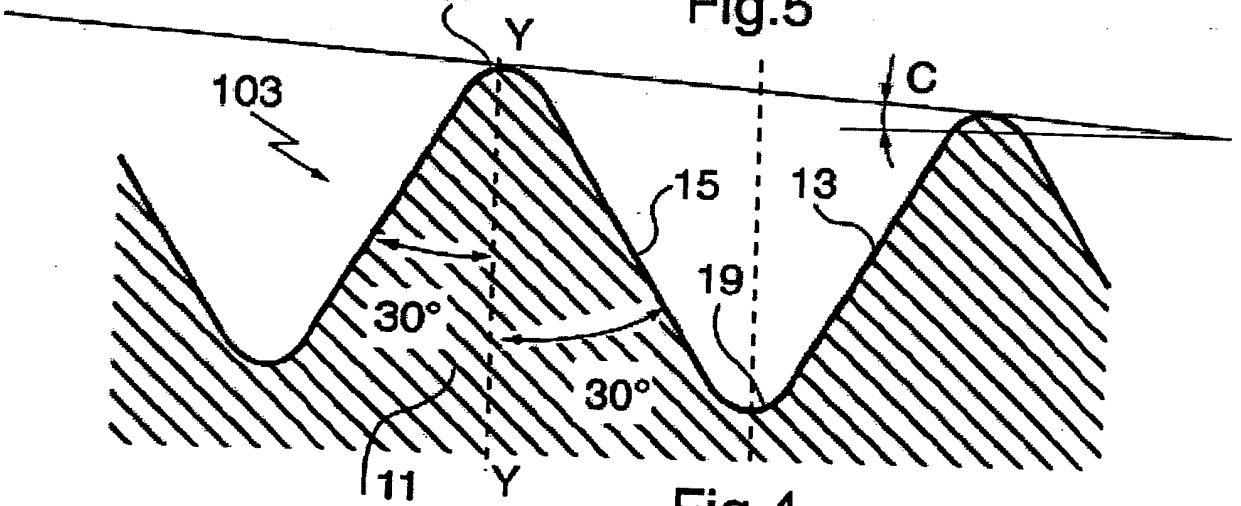


Fig. 4

3/7

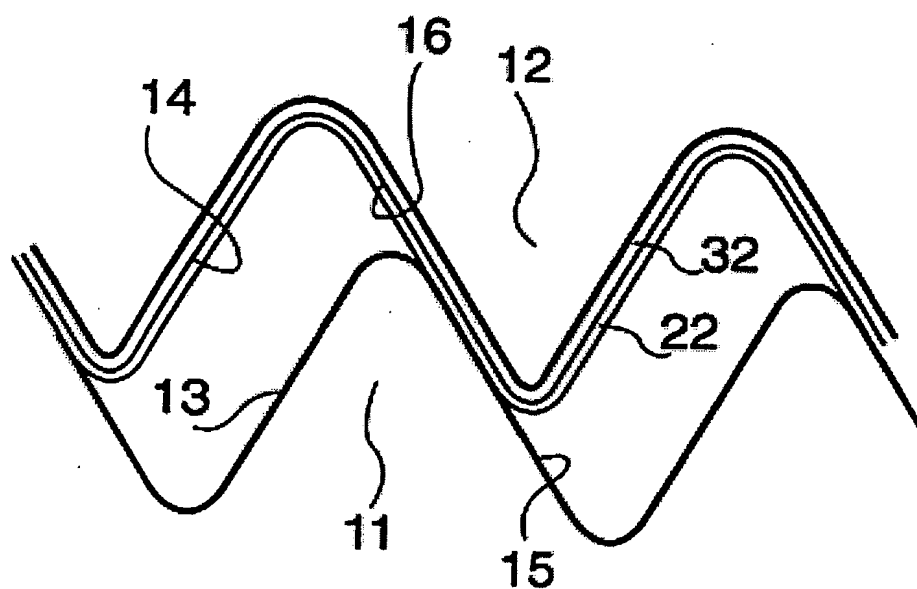


Fig. 7

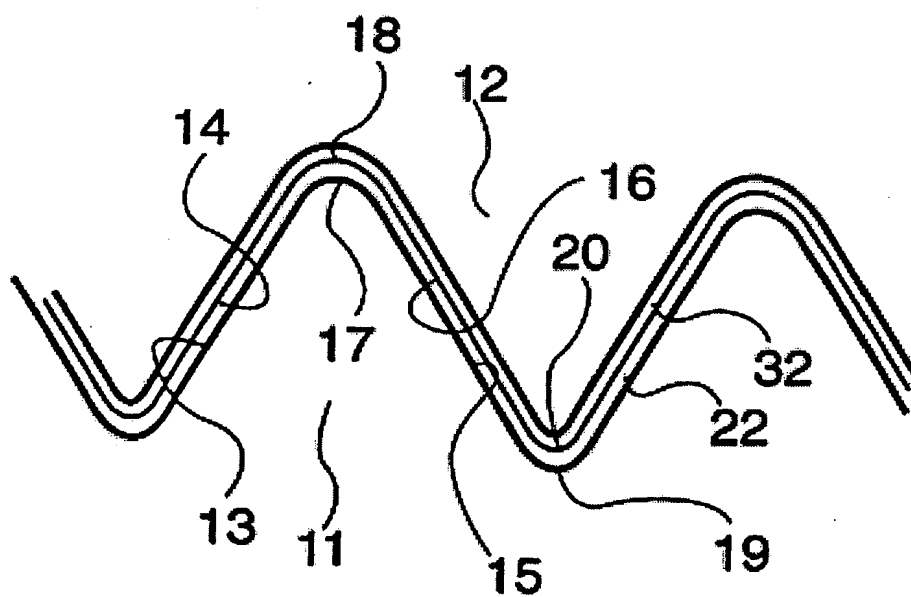


Fig. 8

4/7

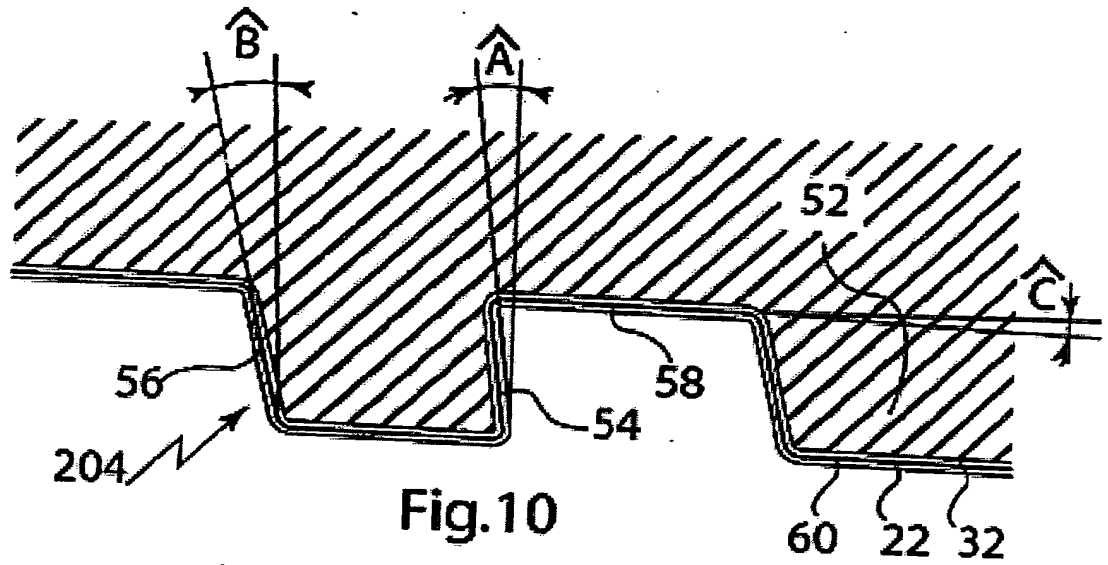


Fig. 10

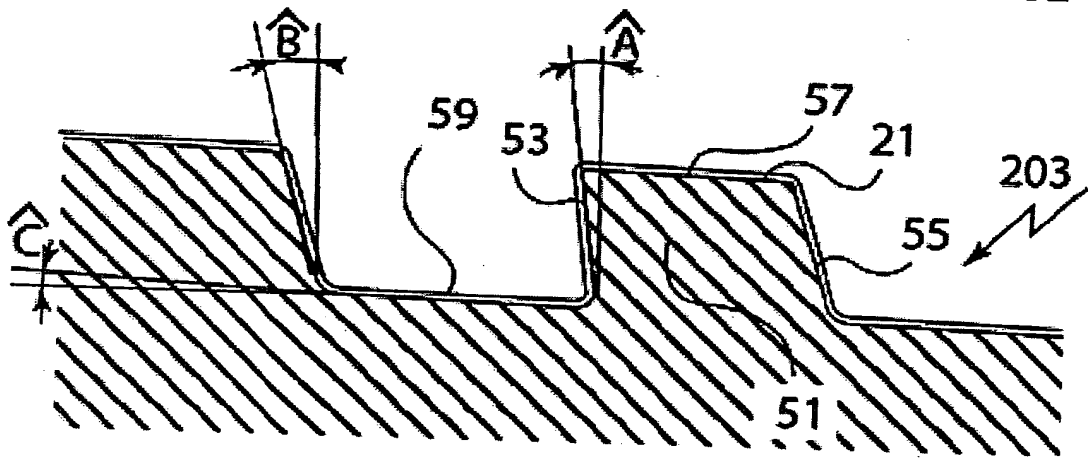


Fig. 9

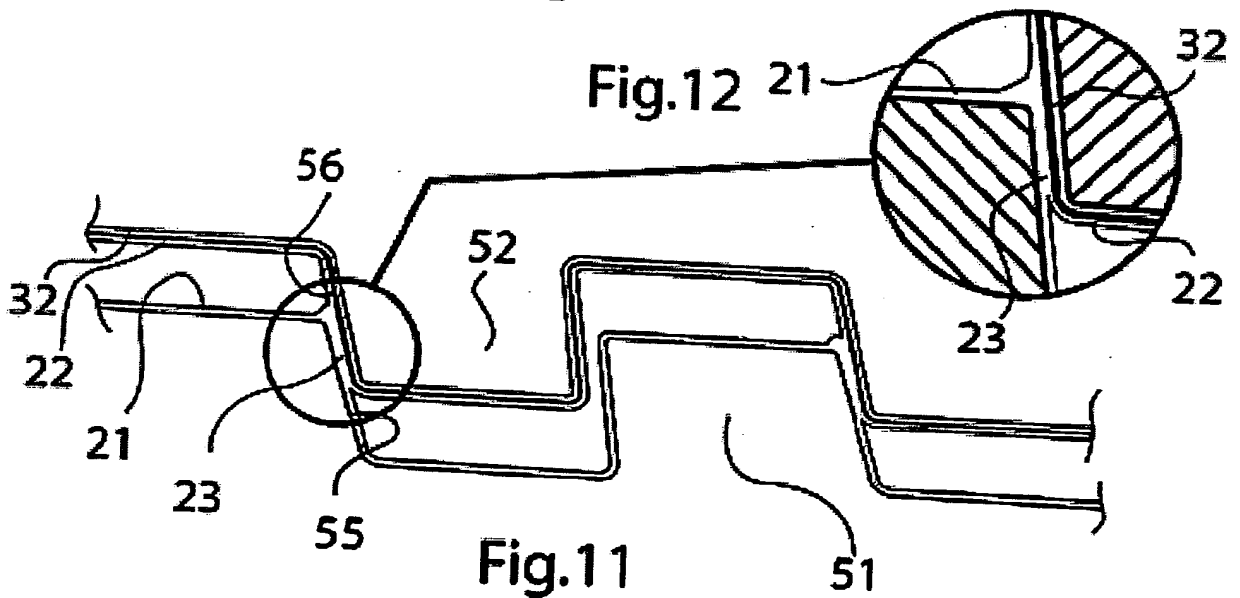
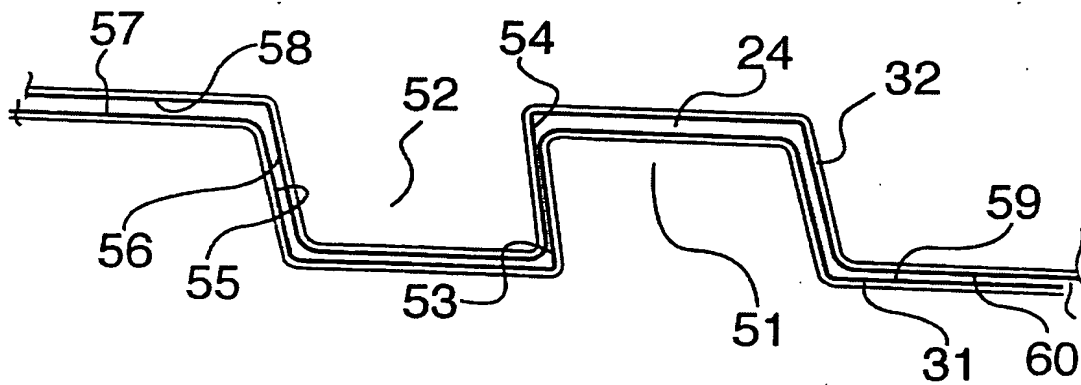
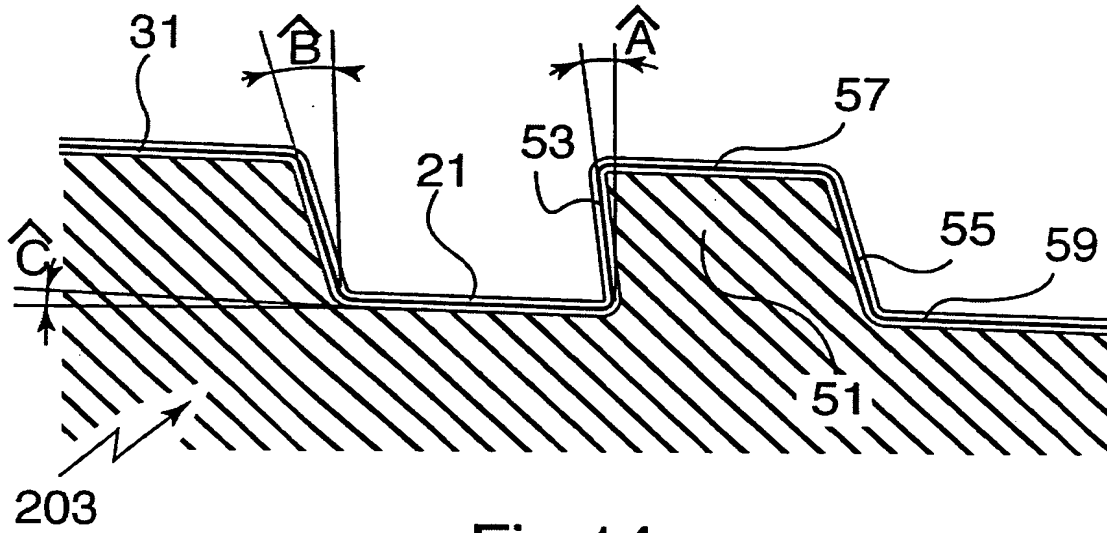
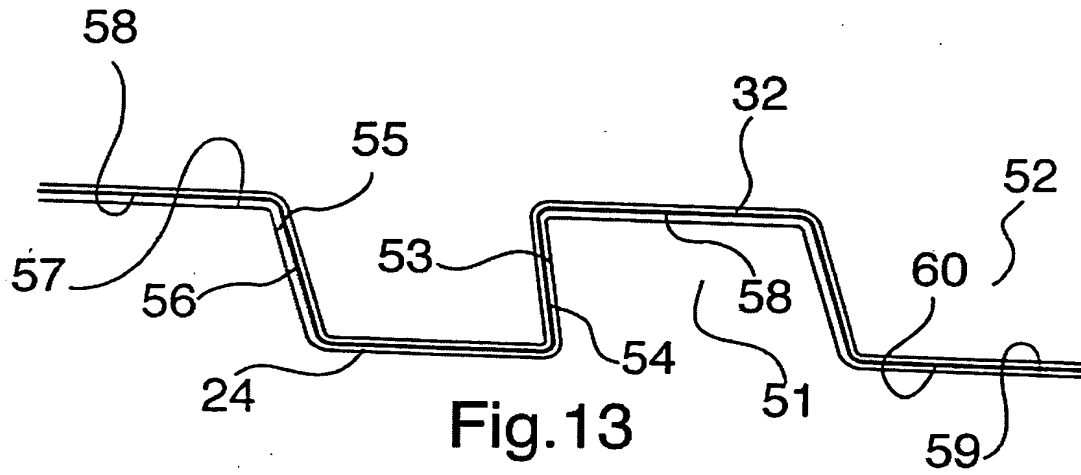


Fig. 11

Fig. 12



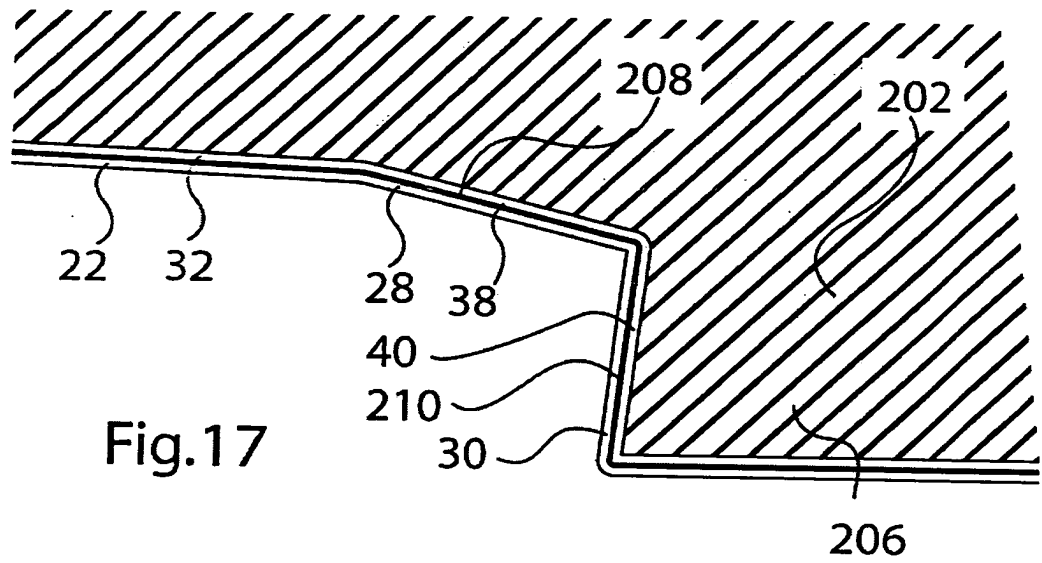


Fig.17

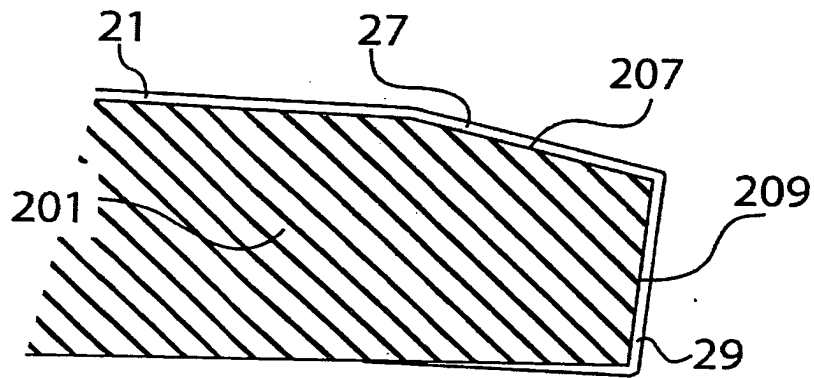


Fig.16

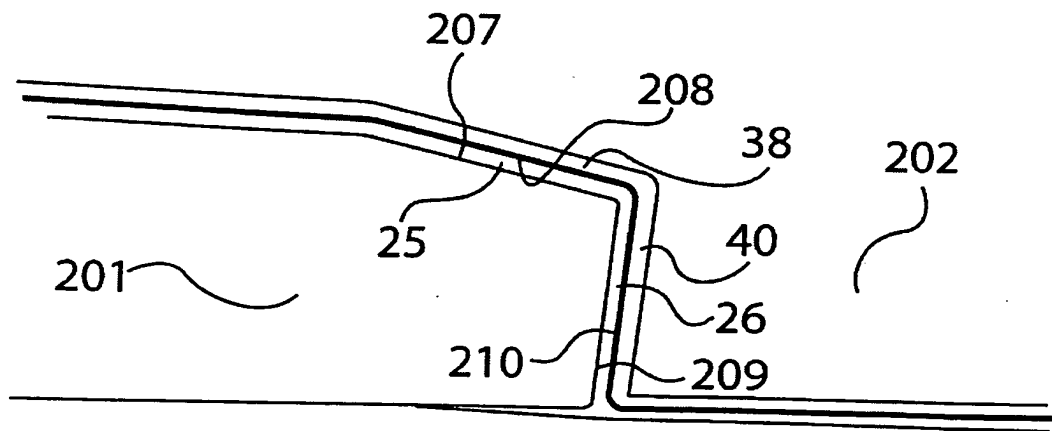


Fig.18

7/7

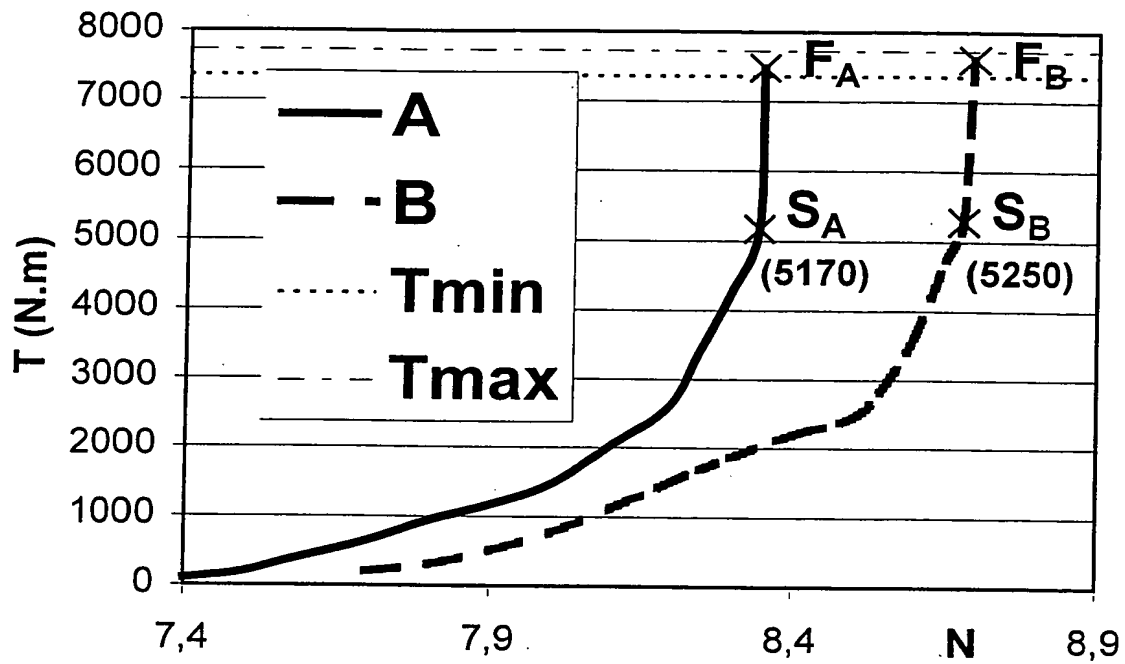


Fig.19

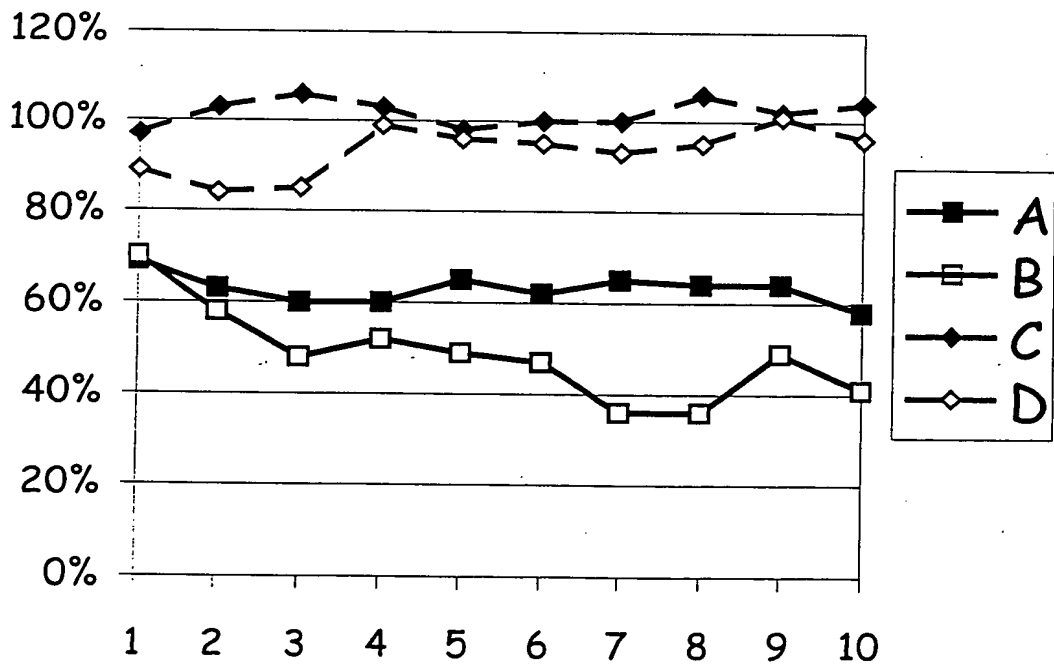


Fig.20



RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

Après l'accomplissement de la procédure prévue par les textes rappelés ci-dessus, le brevet est délivré. L'Institut National de la Propriété Industrielle n'est pas habilité, sauf dans le cas d'absence **manifeste** de nouveauté, à en refuser la délivrance. La validité d'un brevet relève exclusivement de l'appréciation des tribunaux.

L'I.N.P.I. doit toutefois annexer à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention. Ce rapport porte sur les revendications figurant au brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

- ☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Le demandeur a maintenu les revendications.
- ☒ Le demandeur a modifié les revendications.
- ☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n' étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- ☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- ☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1.ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

Référence des documents (avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)	Revendications du brevet concernées
US 2 065 247 A (HERSCHEL G.SMITH) 22 décembre 1936 (1936-12-22) * le document en entier *	1 à 6,12,13
GB 1 033 735 A (ACHESON IND INC) 22 juin 1966 (1966-06-22) * page 1, ligne 32 - page 2, ligne 33 * * page 2, ligne 48 - ligne 88 *	1 à 8, 10 à 15
GB 1 086 720 A (BAKER OIL TOOLS INC) 11 octobre 1967 (1967-10-11) * page 1, ligne 66 - page 2, ligne 25 * * page 3, ligne 22 - ligne 126 * * page 4, ligne 14 - ligne 24; figures 1,2	1 à 7,10,12,13
US 3 095 375 A (H.J.PITMAN) 25 juin 1963 (1963-06-25) * colonne 2, ligne 58 - colonne 4, ligne 9; exemples I-IV *	7,9 à 11

**2.ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT
L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL**

US 2 419 144 A (J.P.KELLY) 15 avril 1947 (1947-04-15)

US 5 275 845 A (KRINGS REINER ET AL) 4 janvier 1994 (1994-01-04)

US 4 414 247 A (HUEBECKER HANS ET AL) 8 novembre 1983 (1983-11-08)

US 3 526 593 A (OLIVER JOHN E JR) 1 septembre 1970 (1970-09-01)

FR 2 597 117 A (SHELL INT RESEARCH) 16 octobre 1987 (1987-10-16)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE
DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

Référence des documents (avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)	Revendications du brevet concernées
NEANT	

THIS PAGE BLANK (USPTO)